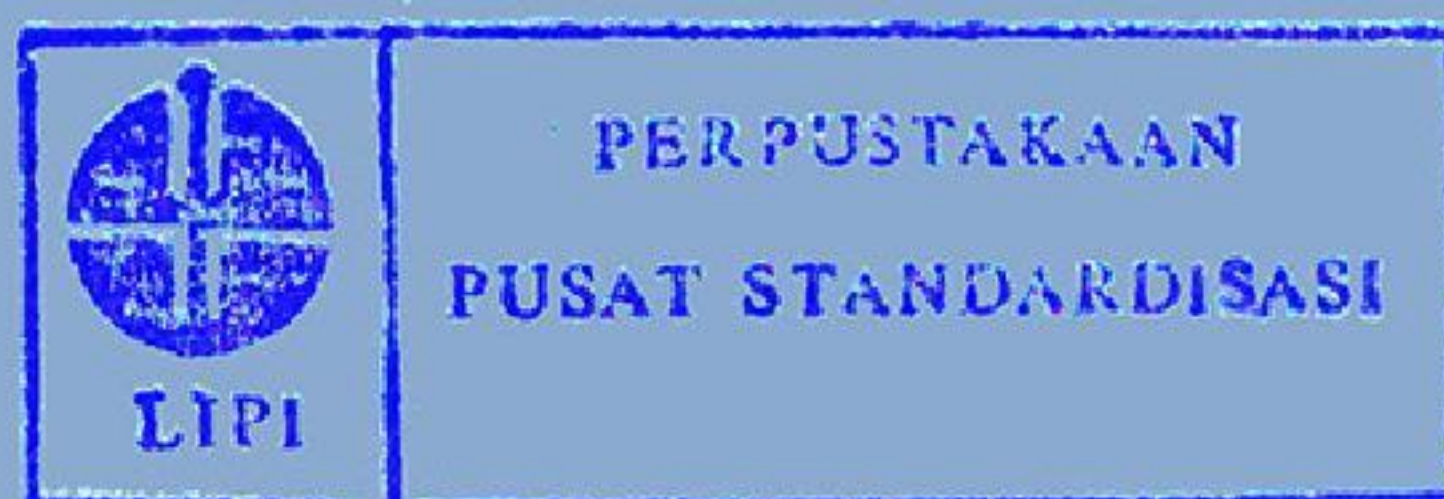
SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-2098-1991

ICS 71.060.30

Cara uji asam sulfat untuk aki

Dewan Standardisasi Nasional - DSN

Berdasarkan usulan dari Departemen Perindustrian
standar ini disetujui oleh Dewan Standardisasi Nasional - DSN
menjadi Standar Nasional Indonesia (SNI) dengan nomor :

SNI 06-2098-1991

Daftar isi

Halaman

Cara uji asam sulfit untuk aki

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi cara penentuan sisa pemijaran, kadar klorida, kadar sulfur dioksida, kadar amonia, kadar nitrogen oksida, kadar besi, kadar tembaga, kadar mangan, kadar arsen, kadar platina, kadar selenium, kadar nikel, kadar krom dan berat jenis asam sulfat untuk aki.

2 Cara uji

2.1 Penentuan sisa pemijaran

2.1.1 Prinsip

Cuplikan diuapkan sampai kering dan kemudian dipijarkan.

2.1.2 Peralatan

Alat yang dipergunakan :

1) Cawan platina dengan garis tengah 50 mm.
2) Penangas pasir
3) Tanur listrik

2.1.3 Prosedur

Ke dalam cawan platina kosong yang telah diketahui beratnya dimasukkan sejumlah contoh kira-kira seberat 50 gram , uapkan sampai tak keluar asap (fumes) lagi. Kemudian dipijarkan pada suhu 850 $\pm$ 50 °C sampai beratnya tetap.

2.1.4 Perhitungan

Sisa pemijaran dihitung dalam persen berat menggunakan rumus :

$$\frac{\text{sisa pemijaran}}{\text{berat cuplikan}} \times 100\,\%$$

2.2 Penentuan kadar klorida

2.2.1 Prinsip

Klorida yang ada diperiksa secara nefklometris menggunakan perak nitrat.

2.2.2 Alat dan pereaksi

2.2.2.1 Alat yang dipergunakan

a) *Photoelectric absorptiometer* dengan sel 4 cm.
   Bisa juga menggunakan tabung Nessler
b) Labu ukur kapasitas 100 ml.

2.2.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa.

a) Asam sulfat
   Ke dalam 750 ml air ditambahkan perlahan-lahan 250 ml asam sulfat pekat 98 % (b/b) (36 N) dengan pengadukan tetap.
   Dinginkan pada suhu ruang dan kemudian encerkan menjadi 1000 ml.
b) Asam nitrat pekat 70 % (b/b) (16 N).
c) Perak nitrat (larutan 0,1 N)
d) Larutan klorida standar
   Larutan 1,648 g natrium klorida (kering) dalam air dan encerkan menjadi 1000 ml.
   Selanjutnya 10 ml dari larutan tersebut diencerkan menjadi 1000 ml dengan air.
   1 ml larutan encer ini mengandung 10 µg

2.2.3 Prosedur

2.2.3.1 Penyiapan larutan standar

Ke dalam gelas labu ukur 100 ml yang masing-masing berisi 10 g (8,2 ml) pereaksi asam sulfat dimasukkan sejumlah larutan klorida standar yang berisi 0 (blanko) sampai 100 µg klorida (0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100) Kemudian masing-masing larutan diperlakukan sebagai berikut :
Encerkan sampai kira-kira 95 ml, tambah 1 ml asam nitrat dan 2 ml larutan perak nitrat, encerkan dengan air sampai tanda, campur baik-baik dan biarkan di ruang

gelap pada suhu ruang selama tidak kurang dari 5 menit dan tidak lebih dari 15 menit.

Larutan-larutan tersebut dibandingkan secara visual. Atau bila dipergunakan instrumen, ukurlah penyerapan setiap larutan menggunakan absorptiometer dengan saringan netral dan larutan blanko dipergunakan sebagai standar, dan siapkan grafik kalibrasi.

2.2.3.2 Penentuan

Encerkan 10 g contoh ke dalam 75 ml air sambil dihindarkan suhu jangan lebih tinggi dari 40° C, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai kira-kira 95 ml. Tambahkan 1 ml asam nitrat dan 2 larutan perak nitrat, encerkan dengan air sampai garis, campur baik-baik dan biarkan di tempat gelap pada suhu ruang selama tidak kurang dari 5 menit dan tidak lebih dari 15 menit.

Pada saat yang bersamaan dikerjakan blanko dari pereaksi tanpa contoh.

Ukur penyerapan larutan menggunakan absorptiometer dengan saringan netral dan gunakan larutan blanko pereaksi sebagai standar, dan baca kadar klorida yang ada menggunakan grafik kalibrasi. (lihat 2.2.3.1).

Cara lain dengan membandingkan kekeruhan larutan dengan sederetan larutan standar yang telah disiapkan dalam tabung Nessler dan catat kadar klorida dari larutan standar yang paling mendekati larutan uji.

2.2.4 Perhitungan

Kadar klorida dinyatakan sebagai Cl dalam *parts per million* bobot, didapat dengan rumus :

$$\text{Klorida} = 0{,}1 \times M \text{ ppm.}$$

M adalah berat (massa klorida) dalam mikron gram.

2.3 Penentuan kadar sulfur dioksida

2.3.1 Prinsip

Belerang dioksida dikeluarkan dari contoh dengan aliran nitrogen dan kemudian diserap ke dalam larutan natrium hidroksida.

Ke dalam larutan ini ditambahkan kalium yodat/yodida berlebihan, kemudian larutan diasamkan dan yodium (yang dibebaskan) dititar dengan larutan natrium tiosulfat standar.

2.3.2 Alat dan pereaksi

2.3.2.1 Peralatan

a) Labu Erlenmeyer kapasitas 250 ml yang dilengkapi dengan tutup asah yang dapat dipasang pipa masuk dan pipa keluar. Pipa masuk hampir mencapai dasar labu dan dihubungkan ke tabung nitrogen (yang dilengkapi katup jarum) melalui suatu pengaman.
   Pipa keluar dihubungkan oleh penyambung gelas (by a glass to-glass joint) ke alat penggelembung (a coarse sintered glass bulb) yang hampir mencapai dasar botol Drechsel.
b) Buret kapasitas 5 ml.

2.3.2.2 Pereaksi dan air yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa

a) Nitrogen.
b) Asam sulfat, larutan 5 N.
c) Natrium hidroksida, larutan 0,01 N.
d) Natrium tiosulfat , larutan 0,01 N.
e) Larutan kalium yodat/yodida, satu liter larutan kalium yodat 0,01 N yang mengandung 50 gram kalium yodida.
f) Larutan penunjuk kanji 2,5 gram kanji (soluble starch) dilarutkan dalam satu liter air.

2.3.3 Prosedur

Masukkan 64 gram contoh ke dalam labu 250 ml dan masukkan 100 ml natrium hidroksida larutan 0,01 N ke dalam botol Drechsel.
Buka katup jarum ke pipa masuk, alirkan nitrogen ke dalam labu, dan atur aliran 20 liter per jam, dan pertahankan aliran ini selama tiga jam.
Pada saat tiga jam telah dilampaui, maka putuskan hubungan ke alat penggelembung dan aliran nitrogen ditutup.

Bilasi larutan yang tertinggal dalam alat penggelembung (the sintered glass bulber) masukkan ke dalam botol, tambah larutan natrium tiosulfat 0,1 N sampai tepat warna biru hilang, kerjakan blanko tanpa contoh.

2.3.4 Perhitungan

Kadar sulfur dioksida dinyatakan dalam *parts per million* bobot (dihitung sebagai SO_2) menggunakan rumus sebagai berikut :

$$SO_2 = 5\ (T_1 - T_2)\ \text{ppm}$$

T_1 adalah jumlah mililiter larutan natrium tiosulfat 0,01 N yang dipergunakan pada uji blanko.

T_2 adalah jumlah mililiter larutan natrium tiosulfat 0,01 N yang dipergunakan dalam penetapan.

2.4 Penentuan kadar amoniak

2.4.1 Prinsip

Contoh dibuat alkalis dengan larutan natrium hidroksida dan amonia yang ada ditetapkan secara kolorimetris menggunakan pereaksi Nessler.

2.4.2 Alat dan pereaksi

2.4.2.1 Peralatan

a) *Photoelectric absorptiometer* atau spektrofotometer dengan sel 4 cm. Bisa juga dipergunakan tabung Nessler,
b) Dua belas labu ukur 100 ml.

2.4.2.2 Pereaksi harus dari mutu pro analisa. Air yang dipergunakan harus bebas dari amonia.

a) Asam sulfat
   200 ml asam sulfat pekat 98 % (b/b) (36 N) ditambahkan pelan-pelan ke dalam 750 ml air sambil terus menerus diaduk. Dinginkan pada suhu ruang dan encerkan menjadi 1000 ml.

b) Larutan natrium hidroksida 5 N.

c) Pereaksi Nessler

3,5 gram kalium yodida dan 1,25 gram merkuri klorida dilarutkan ke dalam 80 ml air. Tambahkan larutan jenuh merkuri klorida dalam air, aduk terus menerus sampai tinggal sedikit endapan agak merah, kemudian tambahkan 12 gram natrium hidroksida. Biarkan melarut, tambahkan larutan jenuh merkuri klorida sedikit lebih sampai terjadi sedikit kekeruhan dan kemudian encerkan dengan air menjadi 100 ml. Biarkan mengendap dan simpan di tempat gelap.

d) Larutan amonia standar

Larutan 3.141 gram amonium klorida dalam air dan encerkan menjadi 1000 ml. Selanjutnya pipet 10 ml larutan encer ini mengandung 10 μg NH_3.

2.4.3 Prosedur

2.4.3.1 Penyiapan standar warna

Ke dalam sebelas labu ukur 100 ml yang masing-masing berisi 60 ml air, dimasukkan sejumlah larutan amonia standar yang berisi 0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, dan 100 g amonia, dan masing-masing larutan diperlakukan sebagai berikut :

Tambahkan 1 g (0,82 ml) pereaksi asam sulfat, netralkan dengan larutan natrium hidroksida (kira-kira 1,2 ml), tambahkan kelebihan 3 ml dan encerkan sampai tanda, campur baik-baik dan biarkan selama 10 sampai 15 menit.

Standar ini dipergunakan langsung untuk pembandingan secara visual.

Jika dipergunakan instrumen, ukur penyerapan dari larutan pada panjang gelombang 370 nm menggunakan larutan blanko sebagai standar dan siapkan grafik kalibrasi.

2.4.3.2 Penentuan

10 gram contoh diencerkan menjadi 75 ml dengan air. Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan sampai tanda.

Pipet 10 larutan ini masukkan ke dalam labu ukur 100 ml lain yang berisi 60 ml air. Netralkan dengan larutan natrium hidroksida, tambahkan kelebihan 3 ml dan encerkan sampai tanda, campur baik-baik dan biarkan selama 10 sampai 15 menit.

Pada saat bersamaan buatlah uji blanko terhadap pereaksi yang dipergunakan (tanpa contoh).

Ukur penyerapan larutan pada panjang gelombang 370 nm menggunakan larutan blanko pereaksi sebagai standar dan baca jumlah amonia yang ada pada grafik kalibrasi.
Cara lain dengan membandingkan warna larutan dengan sederetan warna standar dalam tabung Nessler.
Catat kadar amonia dari standar yang paling mendekati larutan uji.

2.4.4 Perhitungan

Amonia dihitung dalam *parts per million* bobot sebagai NH_3

$$NH_3 = M \text{ ppm}$$

M = adalah jumlah mikrogram NH_3 dalam volume larutan contoh yang direaksikan.

2.5 Penentuan kadar nitrogen oksida

2.5.1 Prinsip

Nitrogen oksida yang ada pertama-tama dioksidasi dengan larutan kalium permanganat dan kemudian dititar dengan pereaksi 2,4 - xylenol.
Nitro-xylenol yang dihasilkan, disuling, dan hasil sulingnya diperiksa secara fotometris

2.5.2 Alat dan pereaksi

2.5.2.1 Peralatan

a) *Photoelectric absorptiometer* atau spektrofotometer dengan sel 4 cm.
b) Cara lain menggunakan tabung Nessler.
   Penangas air dengan suhu 35 ± 1° C
c) Labu ukur 100 ml sebanyak 12 buah.
d) Alat suling dari gelas dengan labu masak 250 ml

2.5.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa

a) Merkuri asetat
b) Asam sulfat pekat (36 N) (98 % b/b)

c) Hidrogen peroksida larutan 1 g/l.
d) Larutan 10 g 24 - xylenol/liter asam cuka es yang selalu disiapkan baru.
e) Larutan natrium hidroksida 2 N.
f) Larutan 0,2 N natrium hidroksida yang dibuat dengan mengencerkan larutan 2 N natrium hidroksida
g) Larutan 0,1 N natrium permanganat.
h) Larutan nitrogen standar.
   Larutan 0,3609 g kalium nitrat dalam air dan encerkan menjadi 100 ml.
   1 ml larutan ini mengandung 500 μg nitrogen.

2.5.3 Prosedur

2.5.3.1 Penyiapan distilat standar

Ke dalam labu yang berisi 9 ml air ditambahkan dengan hati-hati 15 ml asam sulfat pekat.
Dinginkan 35° C, kemudian tuangkan ke dalam labu didih tutup asah kapasitas 100 ml yang berisi 1,00 ml larutan nitrogen standar.
Tambahkan 1 ml pereaksi 2,4 xylenol dan campur baik-baik.
Labu didih taruh pada penangas air dan suhu dipertahankan pada 35 ± 1° C selama 30 menit.
Angkat, pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu masak (distilation flask) dan encerkan dengan air menjadi 100 ml.
Labu masak dipasang pada perangkat destilasi, panaskan sampai mendidih dan kumpulkan destilatnya sebanyak 60 ml dalam labu ukur 100 ml yang berisi 10 ml larutan 2 N natrium hidroksida.
Pendingin dibilasi untuk meyakinkan bahwa tak ada 2,4 xylenol nitrat yang tertinggal. Encerkan dengan air sampai tanda, dan campur baik-baik.

2.5.3.2 Penyiapan standar warna

Ke dalam sepuluh labu ukur 100 ml masing-masing dimasukkan distilat standar sejumlah 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 6 ml, 7 ml, 8 ml, 9 ml, dan 10 ml sesuai dengan kadar nitrogen dan 5 sampai 5 μg.
Masing-masing larutan diencerkan sampai tanda dengan larutan 0,2 N natrium hidroksida dan campur baik-baik.
Standar ini langsung dipergunakan untuk pembanding secara visual. Jika dipergunakan alat, ukur penyerapannya pada panjang gelombang 445 nm

menggunakan larutan 0,2 N natrium hidroksida sebagai standar referensi dan siapkan grafik kalibrasi.

2.5.3.3 Penentuan

Ambil 6 gram contoh dan masukkan ke dalam tabung didih tutup asah kapasitas 50 ml.

Celupkan tabung tersebut ke dalam penangas air es, encerkan menjadi 5,0 ml dengan air dan dengan hati-hati tambahkan 6,0 asam sulfat (waktu menambahkan asam ini agar dipertahankan suhunya di bawah 40° C).

Tambahkan 0,2 g merkuri asetat, kemudian larutkan kalium permanganat tetes demi tetes sampai berwarna merah jambu, kemudian (pucatkan/hilangkan) warnanya menggunakan larutan hidrogen peroksida.

Tambahkan 1 ml pereaksi 2,4 xylenol campur baik-baik dan celupkan tabung tersebut ke dalam penangas air 35 $\pm$ 1° C selama 30 menit.

Kemudian angkat , dan pindahkan isinya secara kuantitatif ke dalam labu didih dan encerkan dengan air menjadi 100 ml sambungkan labu didih ke perangkat distilasi, panaskan sampai mendidih dan kumpulkan 60 ml distilasi dalam labu ukur 100 ml yang berisi 10 ml larutan 2 N natrium hidroksida.

Pendingin dibilasi untuk meyakinkan bahwa tidak ada 2,4 xylenol nitrat yang tertinggal.

Encerkan dengan air sampai tanda dan campur baik-baik.

Larutan diukur penyerapannya pada panjang gelombang 455 nm menggunakan larutan 0,2 N natrium hidroksida sebagai standar acuan.

Kemudian nitrogen dari standar yang paling mendekati larutan uji dicatat. Kerjakan uji blanko pada 6,0 ml pereaksi asam sulfat yang ditambahkan ke dalam 4,0 ml air dengan hati-hati sekali dan yakinkan bahwa suhu tidak mencapai lebih dari 40° C.

2.5.4 Perhitungan

Nitrogen oksida dihitung *parts per million* bobot sebagai N dengan rumus :

$$\text{Nitogen oksida} = 0{,}17\ M\ \text{ppm.}$$

M = adalah berat dalam mikrogram dari nitrogen yang didapat.

2.6 Penentuan kadar besi

2.6.1 Prinsip

Besi yang direduksi menjadi ferro dan ditetapkan secara fotometris menggunakan 2,2 *bipyridil*.

2.6.2 Alat dan pereaksi

2.6.2.1 Peralatan

Photoelectric absorptiometer atau spektrofotometer dengan sel 4 cm. Bisa juga dipergunakan tabung Nessler.
Labu ukur 100 ml sebanyak 15 buah.

2.6.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa

Asam klorida larutan 1 N.
Hidroksil amonium klorida larutan 50 gram per liter.
Amonium asetat larutan 400 g/l.
2,2 *bipyridyl* larutan 1 g/l.
Larutan 0,1 g pereaksi dalam 50 ml air yang berisi 2 ml 1 N asam klorida dan encerkan menjadi 100 ml.
Larutan besi standar
Larutan 7,022 g amonium ferro sulfat dalam campuran 600 ml air dan 350 ml asam sulfat pekat 98 % b/b (36 N) dn encerkan dengan air menjadi 1000 ml.
Selanjutnya pipet 10 ml dari larutan tersebut dan encerkan dengan air menjadi 1000 ml.
1 ml larutan ini mengandung besi sebanyak 10 µg.

2.6.3 Prosedur

2.6.3.1 Penyiapan standar warna

Ke dalam tiga belas labu ukur 100 ml yang masing-masing berisi 50 ml air dan 2 ml N asam klorida, dimasukkan sejumlah larutan besi standar dengan urutan 0 (blanko), 10 µg, 20 µg, 30 µg, 40 µg, 50 µg, 60 µg, 70 µg, 80 µg, 90 µg, 100 µg 110 µg, 120 µg.
Kemudian setiap larutan diperlakukan sebagai berikut :
Tambahkan 4 ml larutan hidroksil amonium klorida dan diamkan selama satu menit.

Tambahkan 5 ml larutan ammonium asetat dan 3 ml larutan 2,2 bipyridyl.
Encerkan setiap larutan menjadi 100 ml dan kocok baik-baik.
Standar ini dipergunakan langsung untuk pembandingan secara visual.
Jika dipergunakan peralatan, ukurlah penyerapan larutan pada panjang gelombang 515 nm menggunakan larutan blanko sebagai standar acuan dan siapkan suatu grafik kalibrasi.

2.6.3.2 Penentuan

Tempatkan 8 gram contoh dalam cawan silika dan uapkan sampai kering dalam lemari asam. Dinginkan dan larutkan dalam 2 ml larutan normal asam klorida dan pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml.
Tambahkan 4 ml larutan hidroksil amonium klorida dan diamkan selama satu menit.
Tambahkan 5 ml larutan amonium asetat, campur dan tambahkan 3 ml larutan 2,2 *bipyridyl*.
Encerkan menjadi 100 ml dengan air dan campur baik-baik. Pada saat yang bersamaan kerjakan uji blanko terhadap pereaksi yang dipakai.
Ukur penyerapan dari larutan pada panjang gelombang 515 nm menggunakan larutan blanko pereaksi sebagai standar acuan dan baca jumlah besi yang ada pada grafik kalibrasi.
Dapat juga dengan membandingkan warna larutan dengan sederetan standar warna dari tabung Nessler, dan mencatat kadar besi dari standar yang paling mendekati warna larutan uji.

2.6.4 Perhitungan

Kadar besi (dihitung sebagai Fe)

$$= 0{,}125\ M \text{ (dalam parts per million bobot)}$$

M adalah berat besi yang diperoleh dalam μg.

2.7. Penentuan kadar tembaga

2.7.1 Prinsip

Tembaga yang ada direduksi asam askorbat dan terbentuk senyawa kompleks

berwarna ungu pada penambahan 2,2 *biquinolyl*.
Senyawa kompleks ini di ekstrak dengan amyl alkohol dan diukur secara fotometris.

2.7.2 Alat dan pereaksi

2.7.2.1 Peralatan

Photoelectric absorptiometer atau spektrofotometer dengan sel 4 cm. Dapat juga dipergunakan tabung Nessler.
Labu ukur 50 ml sebanyak delapan buah.

2.7.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa

Natrium sulfat tak berair.
Amyl alkohol.
Larutan normal asam klorida
Asam klorida pekat 36 % b/b (11 N).
Asam tartrat, larutan 500 g/l.
Natrium hidroksida, larutan 5 N.
Asam askorbat, 100 g/l disiapkan baru.
2,2 - biquinolyl, larutan dalam amyl alkohol 0, 5 g/l.
Larutan tembaga standar.
0,3928 kupri sulfat penta hidrat dalam air, tambah 25 ml 6 N asam sulfat dan encerkan menjadi 1000 ml.
1 ml larutan encer ini mengandung 10 µg Cu.
Kertas indikator untuk pH 5,5 - 7,0.

2.7.3 Prosedur

2.7.3.1 Penyiapan standar warna

Ke dalam enam gelas piala masing-masing diisi larutan tembaga standar sejumlah 0 (blanko), 20 µg, 60 µg, 80 µg, 100 µg tembaga dan setiap larutan diperlukan sebagai berikut :
Encerkan menjadi 30 ml dan pindahkan ke corong pemisah bertutup asah kapasitas 500 ml. Encerkan lagi menjadi 400 ml dan tambahkan 2 ml larutan asam tartrat.
Atur pH larutan menjadi 6,0 dengan meneteskan larutan natrium hidroksida dan gunakan kertas pH.

Tambahkan 2 ml larutan asam askorbat, goyang dan campur baik-baik dan diamkan selama 5 menit.

Tambahkan 10 ml larutan 2,2 *biquinolyl* dan goyang baik-baik selama 2 menit.

Senyawa tembaga kompleks diekstrak dengan 20 ml amyl alkohol dua kali dan hasil ekstrak dipindahkan ke dalam gelas piala 100 ml. Ke dalam kumpulan hasil ekstrak ditambahkan 2 g natrium sulfat tak berair dan aduk baik-baik untuk menghilangkan sisa air.

Saringkan ke dalam labu ukur 50 ml, kristal natrium sulfat dicuci dengan 2 ml amyl alkohol sebanyak 2 kali.

Pindahkan cuciannya ke dalam labu ukur dan encerkan sampai tanda dengan amyl alkohol.

Standar ini dipergunakan langsung untuk pembandingan secara visual.

Jika dipergunakan instrumen, ukurlah penyerapannya pada panjang gelombang 545 nm menggunakan larutan blanko sebagai standar acuan dan siapkan suatu grafik kalibrasi.

2.7.3.2 Penentuan

Pindahkan 12 g contoh ke dalam cawan silica dan uapkan sampai kering pada penangas pasir dalam lemari asam.

Residu didinginkan dan dilarutkan ke dalam 2 ml larutan asam klorida satu normal.

Pindahkan larutan ke dalam cerobong pemisah 500 ml yang tertutup asah.

Tambahkan 1 ml asam klorida pekat, encerkan dengan air menjadi 400 ml kemudian tambah 2 ml larutan asam tatrat.

Atur pH menjadi 6,0 dengan penambahan larutan natrium hidroksida dan menggunakan kertas penunjuk pH.

Tambahkan 2 ml asam askorbat, goyang dan campur baik-baik dan diamkan selama 5 menit.

Tambahkan 10 ml larutan 2,2 *biquinolyl* dan kocok baik-baik selama 2 menit.

Kompleks tembaga diekstrak dengan dua kali 20 ml amyl alkohol dan ekstraknya dimasukkan ke dalam gelas piala 100 ml.

Tambahkan 2 g natrium sulfat tak berair ke dalam kumpulan ekstrak tersebut dan aduk sebaik-baiknya untuk menghilangkan sisa-sisa air.

Saringkan ke dalam labu ukur 50 ml, cuci kristal natrium sulfat dengan 2 ml amyl alkohol dua kali.

Pindahkan hasil cuciannya ke labu ukur dan encerkan dengan amyl alkohol sampai tanda.

Pada saat yang bersamaan, kerjakan uji blanko terhadap pereaksinya.

Ukur penyerapan larutan pada panjang gelombang 545 nm menggunakan larutan blanko pereaksi sebagai standar acuan, dan baca jumlah tembaga yang ada dari grafik kalibrasi.
Cara lain dengan membandingkan warna larutan dengan sederetan standar warna dalam tabung Nessler, dan dengan mencatat kadar tembaga dari standar yang paling mendekati warna larutan uji.

2.7.4 Perhitungan

Kadar tembaga (dihitung sebagai Cu) = 0,083 x M (dalam *parts per million* bobot).
M adalah berat tembaga yang didapat dalam µg.

2.8 Penentuan kadar mangan

2.8.1 Prinsip

Mangan yang ada dioksida dengan kalium periodat dan permanganat yang terbentuk ditetapkan secara fotometris.

2.8.2 Alat dan pereaksi

2.8.2.1 Peralatan

1) *Photoelectric absorptiometer* atau spektrofotometer dengan sel 4 cm. Dapat juga dipergunakan tabung Nessler.
2) Labu ukur sejumlah 8 buah.

2.8.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa.

1) Asam sulfat pekat 98 % b/b (36 N)
2) Larutan pengoksid
   Campur 250 ml asam nitrat pekat 70 % b/b (16 N) , dan 2,5 g kalium periodat dan encerkan menjadi 1000 ml dengan air.
3) Larutan mangan standar
   Ke dalam gelas piala 400 ml dimasukkan sejumlah volume kalium permanganat 0,1 N (0,02 M) yang baru saja distandardisasi, dihitung dengan rumus :

$$\frac{4,55 \text{ ml}}{\text{Normalitas larutan}}$$

Encerkan menjadi kira-kira 150 ml dan tambah 5 ml pereaksi asam sulfat.
Dengan hati-hati tambahkan larutan 10 g/l natrium metabisulfit sambil di aduk terus menerus sampai larutan tepat tak berwarna.
Panaskan sampai mendidih dan biarkan mendidih selama 10 menit.
Dinginkan dan pindahkan ke dalam labu ukur 1000 ml dan encerkan sampai tanda dengan air.
Selanjutnya 200 ml larutan ini diencerkan menjadi 1000 ml.
1 ml larutan berisi 10 µg Mn.

2.8.3 Prosedur

2.8.3.1 Penyiapan standar warna

Ke dalam masing-masing keenam gelas piala 250 ml dimasukkan sejumlah contoh yang masing-masing berisi 0 (blanko) 20 µg, 40 µg, 60 µg, 80 µg, dan 100 µg dan setiap larutan diperlakukan sebagai berikut :
Tambah 16 ml pereaksi asam sulfat pekat, panasi sampai mendidih dan uapkan sampai berbusa putih, sampai volume menjadi 5 sampai 10 ml.
Dinginkan dengan hati-hati sekali encerkan menjadi 25 ml dengan air dan tambahkan 70 ml larutan pengoksid.
Panasi sampai mendidih dan didihkan larutan tersebut selama 4 menit, kemudian dinginkan segera pada suhu ruang.
Pindahkan larutan tersebut pada labu ukur 100 ml dan encerkan sampai tanda dengan air.
Standar ini dipergunakan langsung untuk pembanding secara visual. Jika dipergunakan instrumen , ukurlah penyerapannya pada panjang gelombang 520 nm menggunakan larutan blanko sebagai standar acuan dan buatlah grafik kalibrasi.

2.8.3.2 Penentuan

Tempatkan 100 g contoh dalam gelas piala 250 ml, panasi sampai mendidih dan uapkan sampai berbusa putih sampai volumenya menjadi 5 - 10 ml.
Biarkan dingin dan encerkan menjadi kira-kira 25 ml dan tambahkan 70 ml larutan pengoksid.

Panaskan sampai mendidih dan didihkan selama 4 menit, kemudian cepat-cepat dinginkan ke suhu ruang.
Pindahkan ke labu ukur 100 ml dan encerkan sampai tanda dengan air.
Pada saat yang bersamaan buat uji blanko terhadap pereaksi yang digunakan.
Ukur penyerapannya pada panjang gelombang 520 nm menggunakan larutan blanko sebagai standar acuan, dan baca jumlah mangan yang ada pada grafik kalibrasi.
Cara lain dengan membandingkan larutan dengan sederetan standar warna dalam tabung Nessler, dan dengan mencatat kadar mangan dari standar yang paling mendekati warna larutan uji.

2.8.4 Perhitungan

Kadar mangan (dihitung sebagai Mn) = 0,01 M (dalam *parts per million* bobot).
M adalah berat mangan dalam μg.
Mn = 0,01 M.

2.9 Penentuan kadar arsen

2.9.1 Prinsip

Arsenat dalam contoh direduksi dengan seng, dan arsen yang timbul diserap dalam larutan perak dietil ditiokarbamat dalam piridin dan kerapatan optis dan senyawa kompleks diukur dengan spektrofotometer.
(Alternatif lain menggunakan cara Gutzeit).

2.9.2 Prosedur

Ikuti cara kerja seperti pada lampiran untuk menyiapkan larutan uji, encerkan 7 ml asam klorida pekat ke dalam 30 ml air, dan tambahkan 4 gram contoh kemudian encerkan menjadi 40 ml dengan air.

2.9.3 Perhitungan

Kadar arsenat (dihitung sebagai As) = 0,25 M (dalam *parts per million* bobot).
M adalah berat dalam μg dari arsenat yang didapat (dikurangi koreksi blanko)

2.10 Penentuan kadar platina

2.10.1 Prinsip

Pembanding warna (kolorimetris) antara contoh dan standar setelah diperlakukan serupa.

2.10.2 Alat dan pereaksi

2.10.2.1 Peralatan

a) Cawan platina
b) Tabung Nessler

2.10.2.2 Pereaksi

a) Larutan stanno klorida
   g larutan stanno klorida dihidrat dilarutkan dalam 100 ml asam klorida 2 N.
b) Standar platina
   0,100 g platina murni dilarutkan dalam beberapa ml asam campur (3 ml HCl + 1 ml HNO_3), uapkan sampai kering, tambahkan 5 ml HCl dan 100 mg natrium klorida dan keringkan lagi, larutkan dalam 20 ml HCl (1:1) dan encerkan sampai 100 ml dalam labu normal.
   (1 ml = mg Pt), pipet 10 ml encerkan dengan air sampai 100 ml dalam labu ukur.
   1 ml = 0,01 mg Pt.

2.10.3 Prosedur

100 g contoh diuapkan dalam cawan platina sampai kering, sisanya dilarutkan dalam ± 5 ml asam campur (3 ml HCl + 1 ml HNO_3) , uapkan lagi sampai kering, larutkan asam klorida dan uapkan lagi sampai nitrat habis, larutkan dalam ± 1 ml asam klorida pekat, kalau perlu saring, encerkan sampai ± 40 ml, tambahkan larutan stanno klorida 2 ml, campur, lakukan pekerjaan yang serupa pada larutan standar ; bandingkan warna yang timbul pada contoh asam dengan warna yang timbul pada larutan standar.

2.10.4 Perhitungan

$$\text{Kadar platina (Pt)} = \frac{\text{mg Pt yang sesuai}}{\text{berat contoh dalam mg}} \; 100\,\%$$

2.11 Penentuan kadar selenium

2.11.1 Prinsip

Pembandingan warna (kolorimetris) antara contoh dan standar setelah mendapat perlakuan yang sama.

2.11.2 Alat dan pereaksi

2.11.2.1 Peralatan

a) Tabung Nessler
b) Labu ukur 1000 ml.

2.11.2.2 Pereaksi

Larutan KY 1 %
Larutan selenium standar
Standar selenium dibuat dengan melarutkan 1 g selenium dalam 5 ml asam nitrat dan 10 ml asam klorida uapkan. Larutkan dalam air suling dan asam sampai 1000 ml dalam labu ukur.
1 ml = 0,001 g Se

2.11.3 Prosedur

25 g contoh asam larutkan dengan ± 25 ml air, tambahkan 4-5 tetes larutan KY 1 %, didihkan. Lakukan pekerjaan yang serupa pada larutan standar ; bandingkan warna merah yang timbul pada contoh dengan warna merah yang timbul pada larutan-larutan standar.

2.11.4 Perhitungan

$$\text{Kadar selenium} = \frac{\text{mg selenium yang sesuai}}{\text{berat contoh dalam mg}} \times 100\ \%$$

2.12 Penentuan kadar nikel

2.12.1 Prinsip

Pereaksi furil α - dioksima membentuk senyawa kompleks dengan nikel dalam amonia pekat dan pH yang diatur. Senyawa kompleks yang berwarna kuning diekstrak dengan kloroform dan nikel ditetapkan kolorimetris.

2.12.2 Alat dan pereaksi

2.12.2.1 Peralatan

a) Spektrofotometer, atau
b) Tabung Nessler.

2.12.2.2 Pereaksi

a) Kloroform.
b) Furil α - dioksima (1,5 g/1).
c) Asam klorida pekat (11 N) (36 % b/b).
d) Asam klorida (0,1 N).
e) Hidrogen peroksida (30 g/1) (pengenceran 1 : 9).
f) Kalium natrium tartrat (100 g/1)
g) Natrium hidroksida 2,5 N
h) Amonia 2 N.
i) Asam klorida 5 N
j) Larutan standar nikel.

Larutan A :
Larutkan 1,000 g nikel murni dalam 20 ml asam nitrat 5 N, tambah 10 ml asam klorida pekat dan 10 ml air, dan encerkan menjadi 1000 ml dalam labu ukur 1000 ml.

Larutan B :

Pipet 20 ml larutan A tambah 10 ml asam klorida dan encerkan menjadi 1000 ml dalam labu ukur 1000 ml.

Larutan C :

Pipet 20 ml larutan B dan encerkan menjadi 1000 ml dalam labu ukur 1000 ml (1 ml mengandung 0,4 µg Ni).

Phenolphthaleine (10 g/l)

Larutkan 2,5 g phenolphthaleine dalam 250 ml etanol 95 % v/v.

2.12.3 Prosedur

Masukkan sejumlah contoh yang mengandung tidak lebih 10 µg Ni ke dalam labu Erlenmeyer 500 ml, tambah air suling menjadi 200 ml. Tambahkan sejumlah asam klorida 5 N sehingga kemasan menjadi 0,1 ± 0,005 N, tutup dan panasi sampai tepat mendidih.

Dinginkan ke suhu kamar dan pindahkan ke corong pemisah 500 ml secara kuantitatif dan bilasi dua kali masing-masing dengan 5 ml air suling. Tambahkan 4 tetes hidrogen peroksida, 1 tetes pp dan 5 ml kalium natrium tartrat.

Sambil dikocok tambahkan larutan natrium hidroksida sampai tepat berwarna merah jambu.

Kemudian dengan memutar-mutarnya, tambahkan asam klorida 0,1 N tetes demi tetes sampai warna merah jambu tepat hilang.

Tambahkan 5,0 ml fluril α - dioksima dan 25 ml amonia dan putar-putar beberapa detik. Tambahkan 15 ml kloroform dari buret, tutup dan goncang beberapa detik dan tekanan gas dikurangi dengan membuka tutup, kemudian goncang keras-keras selama satu menit dan simpan di tempat yang bebas cahaya matahari. Biarkan 5 sampai 120 menit agar memisah dan kemudian lapisan kloroform dikeluarkan dengan disaring menggunakan kertas saring dan masukkan ke dalam sel 40 mm yang bersih dan kering. Ukur kerapatan optis dari ekstrak kloroform tersebut pada suhu 20 - 25° C pada panjang gelombang 435 nm.

Adakan penetapan blanko terhadap 200 ml air yang dipergunakan dengan pereaksi dan cara yang sama.

Buat grafik kalibrasi, dengan mengadakan penetapan terhadap larutan yang dibuat mengandung 0 µg, 0,8 µg, 2 µg, 4 µg, 6 µg, 8 µg, dan 10 µg nikel.

2.12.4 Perhitungan

Nikel dihitung dalam ppm sebagai Ni.

$$Ni = \frac{\mu g \text{ hasil pembacaan}}{ml \text{ contoh}}$$

2.13 Penentuan kadar krom

2.13.1 Prinsip

Contoh dioksidasi untuk mengubah semua kromium menjadi kromat, kemudian ion kromat direaksikan dengan 1,5 - difenil karbasida membentuk senyawa kompleks berwarna ungu yang konsentrasinya diukur secara kolorimetri.

2.13.2 Alat dan pereaksi

2.13.2.1 Peralatan

a) Spektrofotometer, atau
b) Tabung Nessler

2.13.2.2 Pereaksi

a) 1,5 - difenil karbasida (2,5 g/l)
b) Larutkan 0,125 g 1,5 - difenil karbasida dalam 50 ml etanol
c) Asam fosfat orto 5 N (larutan 1: 9)
d) Larutan standar kromat
   Larutan A :
   Larutkan 0,167 g kalium dalam air, jadikan 1000 ml dalam labu ukur 1000 ml dan kocok baik-baik.
   Larutan B :
   Pipet 10 ml Larutan A encerkan menjadi 100 ml dalam labu ukur 100 ml dan campur baik-baik.
   (1 ml mengandung 10 µg CrO_4).
e) Ammonium persulfat (10 g/l)
f) Asam nitrat pekat (7 % b/b) (16 N)

g) Perak nitrat (2 g/l)

h) Natrium nitrat (10 g/l)

i) Natrium sulfit (30 g/l)

j) Asam sulfat 7 N (larutan 1 4)

2.13.3 Prosedur

Sejumlah contoh yang dimasukkan ke dalam gelas piala 250 µg kromium (sebagai CrO_4) dimasukkan ke dalam gelas piala 250 ml.
Ukur air sejumlah yang sama dan masukkan ke dalam gelas piala 250 ml yang lain.
Ke dalam masing-masing gelas piala ditambahkan 10 ml asam sulfat dan 2 ml larutan natrium sulfit. Uapkan di atas pemanas listrik sampai volume menjadi kira-kira 10 ml, tambahkan 2 sampai 3 tetes asam nitrat. Lanjutkan penguapan sampai timbul asap putih dan kemudian dinginkan.
Ke dalam masing-masing gelas piala dengan hati-hati ditambahkan 10 ml air, panasi bila perlu untuk melarutkan semua zat yang dapat larut dan kemudian didinginkan.
Masing-masing pindahkan ke dalam labu ukur 50 ml, bila perlu disaring dan encerkan dengan air sampai tanda.
Campur baik-baik.
Pipet 10 ml masing-masing larutan masukkan ke dalam labu ukur 25 ml dan masing-masing ditambah 1 ml larutan perak nitrat dan 1 ml amonium persulfat.
Campur baik-baik. Celupkan labu ukur ke dalam penangas air yang mendidih selama 15 menit, angkat dan diamkan sampai suhu ruang. Jika ada warna merah muda yang disebabkan adanya permanganat hilangkan dengan menetesi natrium nitrit.
Kemudian masing-masing ditambah 5 ml asam fosfat dan kemudian 2,5 ml 1,5 - difenil karbasida. Campur dan encerkan dengan air sampai tanda. Campur dan biarkan selama 5 menit. Ukur kerapatan optis dari contoh dan blanko tersebut dengan spektrofotometer pada suhu 20 - 25° C dan panjang gelombang 540 nm dan sel 10 nm. Buat grafik kalibrasi, dengan mengadakan penetapan terhadap larutan yang dipersiapkan mengandung 0 µg, 10 µg, 20 µg, 30 µg, 40 µg, 50 µg sampai 250 µg CrO_4.

2.13.4 Perhitungan

Kurangkan pembacaan yang didapat pada blanko dari pembacaan yang didapat pada contoh. Baca kadar kromat dari contoh menggunakan bantuan grafik kalibrasi. Kromium dihitung dalam ppm sebagai CrO_4.

$$CrO_4 = \frac{5 \times \mu g \text{ hasil pembacaan}}{\text{ml contoh}}$$

2.14 Penentuan berat jenis

Tuangkan contoh asam dalam gelas ukur yang cukup besar, dan sesudah diaduk sebentar, masukkan hidrometer dengan hati-hati ke dalam asam, masukkan pula termometer, baca bagian atas maniskus asam yang menyinggung skala hidrometer dan baca suhu pada termometer.

Berat jenis pada suhu 15° C = Berat jenis pada suhu t° C - (15 - t) K.

Tabel koreksi untuk menghitung B.J pada suhu 15° C terhadap air pada suhu 4° C (nilai K).

B.J yang diukur	Koreksi untuk K per 1 °C :
1.151 - 1.200	0,0007
1.221 - 1.420	0,0008
1.421 - 1.560	0,0009
1.561 - 1.700	0,0010
1.701 - 1.770	0,0011
1.771 - 1.840	0,0010

Lampiran A

Cara penentuan arsen prosedur perak dietil ditiokarbamat

1 Ruang lingkup

Cara uji yang diuraikan berikut ini mengenai cara penentuan arsen prosedur perak dietil ditiokarbamat. Standar ini menguraikan metoda umum penetapan kadar arsen sampai jumlah 10 µg, menggunakan pengukuran spektrofotometri terhadap senyawa kompleks yang terbentuk oleh reaksi antara arsen dan larutan perak dietil ditiokarbamat dalam piridin.
Metode umum penyiapan larutan lihat lampiran B.

2 Cara uji

2.1 Prinsip

Larutan contoh dalam asam labu generator diperlakukan dengan kalium yodida dan stanno klorida untuk merubah arsen agar bermartabat tiga. Sesudah perlakuan ini ditambahkan serbuk seng ke dalam media asam tersebut di mana hidrogen dibebaskan dan arsen yang timbul diserap ke dalam larutan perak dietil ditiokarbomat dalam piridin, menghasilkan warna merah muda yang diukur dengan spektrofotometer.

2.2 Gangguan

2.2.1 Pada kondisi pengujian tersebut antimon dan germanium direduksi menjadi hidrida yang akan mewarnai larutan perak dietil ditiokarbamat dalam piridin.

2.2.2 Garam krom, kobal, tembaga, merkuri, molibden, nikel, pladium dan perak dapat mengganggu, demikian juga Antimon dan germanium dalam jumlah yang lebih besar dari yang tersebut pada 2.2.1

2.2.3 Bila penetapan ini dilaksanakan terhadap beberapa produk khusus, supaya diperhitungkan pengaruh gangguan tersebut.

Catatan :

Kurva absorpsi yang disebabkan reaksi dari stibine adalah pada 515 nm.

Hasil percobaan memperlihatkan bahwa bila pengukuran dilakukan pada 540 nm, jumlah antimon di bawah 100 µg memperlihatkan ketidaktelitian sampai 4% dari berat antimon yang ada. Di bawah kondisi yang sama gangguan dari germanium tak berarti. Selanjutnya terbukti penemuan jumlah arsen diperoleh apabila larutan uji berisi sebagai berikut :

sampai 50 mg tembaga atau perak.

sampai 5 mg kobal atau nikel.

sampai 1 mg krom atau merkuri.

sampai 0,50 ml asam nitrat pekat 70% (bobot)

2.3 Alat dan pereaksi

2.3.1 Peralatan yang diperlukan adalah :

a) Pembangkit dan penyerap (evaluation and absorption apparatus) yang bentuknya sedemikian, dapat menyerap arsen dengan sempurna. Bentuk alat seperti terlihat pada gambar terlampir.

   A Labu Erlenmeyer ukuran 100 ml untuk pembangkit arsen (A).

   B Tabung penyerap (B).

   C Sambungan untuk menampung hidrogen sulfida (C).

   D Penjepit untuk menyambung C dan B.

b) Spektrofotometer dengan sel 10 mm

   Catatan 1

   Bila hanya ada satu instrumen tipe filter yang tersedia, filter Ilfrod No. 605 atau yang sebanding dapat dipergunakan. Ini akan lebih disukai sebab pengukuran spektrum lebih luas, gangguan lebih banyak dapat diketahui.

   Catatan 2.

   Semua labu gelas baru yang akan digunakan untuk penetapan arsen harus dicuci dengan asam sulfat pekat (BJ 1,84) panas (hati-hati), bilasi air dengan seksama dan keringkan baik-baik. Dianjurkan agar semua labu yang digunakan untuk contoh dengan konsentrasi arsen tinggi dibersihkan dengan cara yang sama seperti di atas.

Jangan membersihkan labu dengan palarut organik, beberapa diantaranya menunjukkan hambatan terhadap pembentukan arsen. Alat-alat lainnya dapat dibersihkan dengan pelarut organik dan dikeringkan baik-baik.

2.3.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa khusus untuk pengujian arsen.

Air yang dipergunakan air suling.

a) Asam klorida 36% (bb) (11 N) atau
   Asam sulfat 98% (b/b) (36 N).
b) Kalium yodida, larutan 150 g/l.
   Larutan ini harus disimpan ditempat gelap.
c) Stanno klorida, larutan
   Larutan 40 gram stanno klorida dihidrat dalam campuran 25 ml air dan 75 ml asam klorida pekat (BJ = 1,18).
   Buang larutan ini jika kelihatan ada endapan.
d) Perak dietil ditio karbamat, larutan 5 g/l dalam air piridin putih.
   Larutkan 1 g perak dietil ditio karbamat dalam air piridin putih (BJ = 0,980) dan encerkan menjadi 200 ml.
   Simpan dalam botol gelas bertutup dan terlindung dari cahaya. Larutan ini tahan sampai 2 bulan.
   Gunakan perak dietil ditio karbamat dari mutu yang baik atau siapkan seperti dalam lampiran A.
   Absorpsi menggunakan 5 ml dalam sel 10 mm untuk 0,04 per µg arsen.
e) Larutan arsen standar
   Larutan arsen 0,1 g/l persediaan
   Larutkan 0,132 g arsen trioksida kering dalam 20 ml
   Larutkan natrium hidroksida 350 g/l. Encerkan dengan air menjadi 100 ml, tambahkan perlahan-lahan 10 ml asam sulfat pekat (BJ = 1,84) dan encerkan menjadi 1000 ml dengan air.
   Larutkan arsen standar 1 µg/ml
   Siapkan segera sewaktu mau digunakan
   Encerkan dengan air 10 ml larutan arsen persediaan menjadi 1000 ml.
f) Butiran seng 0,5 nm-1,0 nm (16 - 30 mesh).
g) Wol kapas penyerap yang dicelup dalam timbal asetat.
   Larutkan 50 g timbal asetat trihidrat dalam 250 ml air.

Jenuhkan wol kapas tersebut dengan larutan ini, tekan keras dan keringkan di bawah hampa pada suhu ruang.

2.4 Prosedur

2.4.1 Persiapan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi harus ditetapkan setiap kali pereaksi perak dietil ditio karbamat dipersiapkan baru.

2.4.1.1 Pembentukan arsen

Ke dalam sederet labu Erlenmeyer 100 ml, tambahkan dengan pipet sejumlah larutan arsen.
Standar yang masing-masing berisi 0, 2, 4, 6, 8 dan 10 µg As dan kemudian masing-masing diperlakukan sebagai berikut :
Tambahkan 10 ml HCl pekat dan encerkan menjadi 45 sampai 55 ml dengan air.
Tambahkan 2,0 ml larutan kalium yodida dan 2,0 ml larutan stanno klorida.
Campur dan diamkan selama 15 - 20 menit. Bungkus bagian atas dari penyambung dengan wol kapas penyerap dan pasang rangkaian penyerap tersebut.
Tuangkan ke dalam tabung penyerap 5,0 ml larutan perak dietil ditio karbamat.
Sesudah didiamkan beberapa waktu, masukkan 5 g butiran seng ke dalam labu Erlenmeyer dan peralatan tersebut segera dirangkai kembali.
Biarkan reaksi berlangsung selama 45 menit pada suhu ruang.

2.4.1.2 Pengukuran spektrofotometer.

Putuskan tabung penyerap dan miringkan penyerap sehingga larutan pereaksi mengalir mundur maju antara penyerap dan bola untuk melarutkan padatan merah dan untuk mencampur larutan tersebut sebaik-baiknya. Pindahkan larutan tersebut ke dalam sel fotometer dan ukur penyerapannya pada panjang gelombang nm penyerapan maksimum (540 nm) menggunakan air dari sel pembanding.

Catatan :
Warna larutan akan mantap selama beberapa jam, tetapi karena volumenya kecil perlu perhatian untuk mencegah pemekatan dan larutan sebagai akibat penguapan pelarut.

2.4.1.3 *Plotting*

Untuk setiap larutan hitunglah penyerapannya (yang telah dikoreksi dengan mengurangi hasil pembacaan pada pengamatan dengan hasil pembacaan pada larutan yang tidak mengandung larutan arsen standar.
Gambarkan grafik hubungan antara penyerapan dengan kadar arsen.

2.4.2 Penentuan

2.4.2.1 Contoh uji dan penyiapan larutan uji

Ikuti petunjuk yang diberikan untuk setiap contoh uji.
Petunjuk ini akan memberikan berat contoh yang diperlukan untuk menghasilkan larutan uji akhir dengan volume 45 ml sampai 55 ml dengan kandungan 1 hingga 10 µg As dan kira-kira 2,5 N untuk asam klorida atau asam sulfat.

2.4.2.2 Uji

Pindahkan larutan uji ke dalam labu Erlenmeyer, jika perlu dinginkan pada suhu ruang dan kerjakan menurut petunjuk 2.4.1.1 dan 2.4.1.2

2.4.2.3 Uji blanko

Lakukan uji blanko, mengikuti petunjuk 2.4.1.1 dan 2.4.1.2 tanpa contoh.

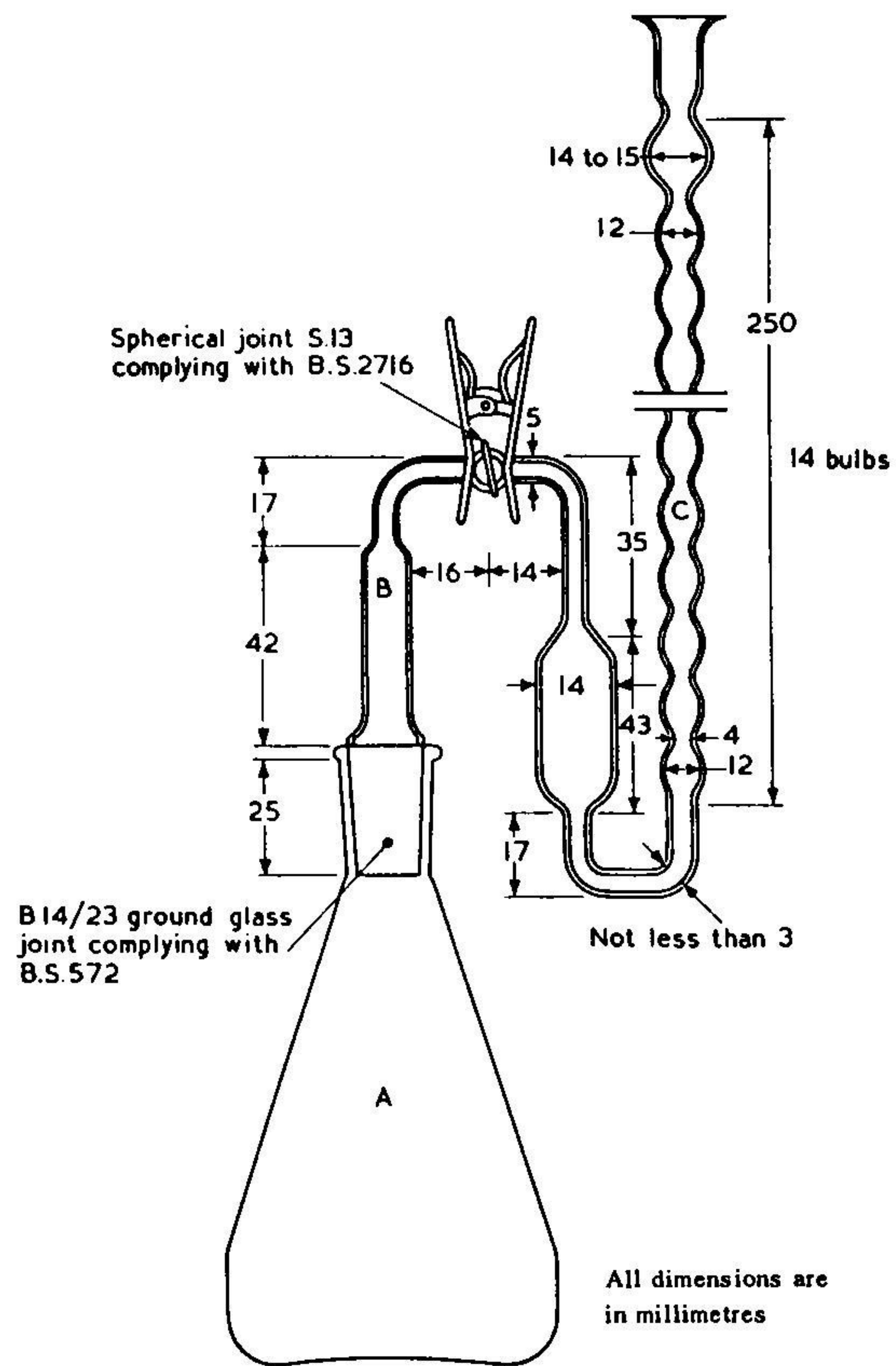
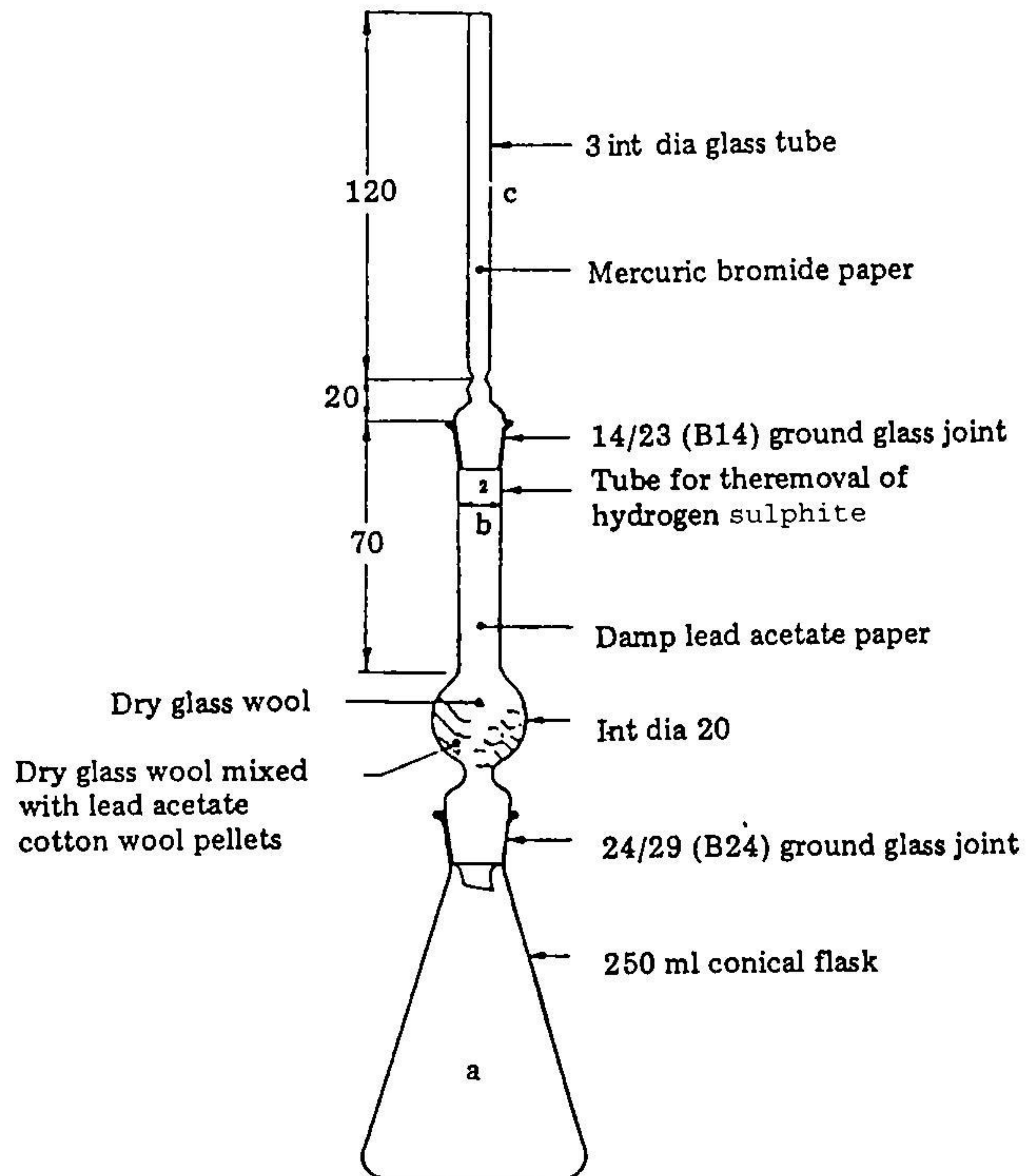
Catatan :
Untuk beberapa bahan mungkin diperlukan petunjuk khusus yang harus diberikan sehubungan dengan prosedur penyiapan larutan uji blanko tersebut.

2.5 Perhitungan

Hitung penyerapan (yang telah dikoreksi) dengan mengurangkan nilai yang didapat larutan blanko dari nilai yang didapat larutan uji. Dan baca berat arsen dari kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar arsen} = \frac{M_1}{M_2} \text{ part per million (bobot)}$$

M_1 adalah berat asen yang didapat dalam ug.

M_2 adalah berat contoh dalam larutan yang diuji, dalam gram

Alternative form of apparatus for arsenic determination

Apparatus for use in the determination of arsenic
(All dimensions of millimetres)

Lampiran B

Penguapan perak dietil ditio karmabat yang dimurnikan

1 Pemurnian natrium dietil ditio karbamat

Larutkan 10 g natrium dietil ditio karbamat [$(C_2H_5)2N$ CS.S Na. $3H_2O$] dalam 35 ml etanol 95 % v/v dan saring.
Tambahkan ke dalam larutan tersebut 100 ml dietil eter sambil diaduk terus - menerus. Saring dengan dihisap, endapan dicuci dengan eter dan keringkan di udara.

2 Penyiapan pereaksi

Larutkan 2,2 gram natrium dietil ditio karbamat yang dimurnikan dalam 100 ml air.
Larutkan 1,7 gram perak nitrat dalam 100 ml air.
Campur kedua larutan tersebut pelan-pelan dengan pengadukan terus menerus.
Campuran disimpan pada suhu di bawah 10° C.
Dekantasi larutannya yang jernih, endapannya dicuci dengan air sebanyak tiga kali pada suhu di bawah 10° C.
Hasilnya disaring dan dikeringkan dengan hampa pada suhu ruang. Simpan di tempat yang dingin dan terlindung dari cahaya.

Lampiran C

Penyiapan larutan uji

1 Umum

Sebelum uji dilakukan pada contoh, semua arsen yang ada harus diubah menjadi turunannya yang lebih sederhana seperti arsen trioksida, atau arsen pentaklorida yang dapat direduksi kuantitatif menjadi arsen dengan mereaksikannya dengan seng dalam asam encer.
Turunan ini harus berada dalam larutan yang bebas dari zat yang mengganggu, dengan volume tertentu seperti yang diinginkan, dan mengandung sejumlah asam bebas yang dibutuhkan.

2 Penyiapan larutan

2.1 Larutan sederhana

Sebagian besar contoh mungkin dengan mudah larut dalam air dengan/ tanpa pemekatan, perlakuan dengan bromin atau penambahan asam.

2.2 Oksida basah yang merusak (destructive wet oxidation)

Cara ini diperlukan untuk menghancurkan senyawa organik dan merusak senyawa arsen yang tak dapat direduksi secara langsung pada kondisi uji tersebut.
Bahan ini diperlukan secara teliti dalam laporan berikut :
Cara destruksi bahan organik = Analyst 1960 - 85 - 643.
Penggunaan hidrogen peroksid 50 % untuk destruksi bahan organik = Analyst 1967 - 92 - 403.

2.3 Larutan dari bahan yang sukar larut seperti silikat atau oksida logam tertentu.

2.3.1 Untuk contoh yang mengandung silikat perlu dihilangkan kelebihan jumlah silikat untuk memastikan dapatnya terjadi pembentukan arsen..
Hal ini bisa dilaksanakan dengan perlakuan dengan campuran asam fluorida dan asam sulfat.

2.3.2 Peleburan dengan alkali karbonat berguna dalam hal dimana perlakuan langsung dengan asam tidak membawa hasil.